

INSTRUMENTACIÓN EN ESPECTROSCOPIA

Los métodos espectroscópicos ópticos de análisis se fundamentan en seis fenómenos:

1. Absorción
2. Fluorescencia
3. Fosforescencia
4. Dispersión
5. Emisión
6. Quimiluminiscencia

Las propiedades de estos componentes son las mismas independientemente de si se aplican a la región ultravioleta, visible o infrarroja del espectro.

Los instrumentos espectroscópicos característicos incluyen una serie de componentes esenciales:

- Fuente estable de energía radiante.
- Un recipiente transparente para contener la muestra.
- Un dispositivo que aisle una región restringida del espectro para la medida.
- Un detector de radiación, que convierte la energía radiante en una señal utilizable (en general eléctrica).
- Un sistema de procesamiento y lectura de la señal, que visualice la señal detectada en una escala de medida, en una pantalla de osciloscopio, en un medidor digital o en un registrador.

Fuentes de radiación.

Las fuentes de radiación utilizadas en espectrometría óptica deben ser capaces de generar un haz de radiación con potencia suficiente para que se detecte y se mida con facilidad para poderla usar en estudios espectroscópicos. Existen varias posibilidades:

- Fuentes continuas: usadas en espectroscopía de absorción y de fluorescencia. La fuente más común para la región ultravioleta es la *lámpara de deuterio*. Para la región visible del espectro se usa la *lámpara de filamento de wolframio*.
- Fuentes de líneas: emiten un número limitado de líneas o bandas de radiación, cada una de las cuales abarca un intervalo limitado de longitudes de onda. Se usan en espectroscopía de absorción atómica, espectroscopía de fluorescencia atómica. Otras son *lámparas de vapor de mercurio, sodio, lámparas de cátodo hueco*.
- Láseres: útiles debido a su elevada intensidad, su estrecha anchura de banda y a la naturaleza coherente de su señal de salida. Consiguen la amplificación de la luz mediante la emisión estimulada de radiación. Para lo cual, es necesario que el número de fotones producidos supere el número de los fotones que se pierden por absorción. Usados en la región ultravioleta, visible e infrarroja del espectro.

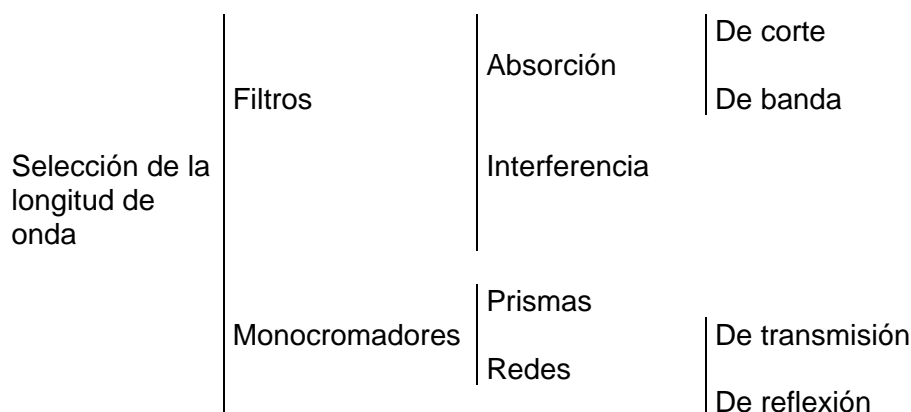
Recipientes para muestras.

A excepción de la espectroscopía de emisión, todos los estudios espectroscópicos, requieren recipientes para muestras. Han de estar fabricados con materiales transparentes a la radiación de la región espectral de interés.

- Región ultravioleta: cuarzo o sílice fundida
- Región visible: vidrios silicatados.
- Región del infrarrojo: cloruro sódico cristalino.

Selectores de longitud de onda.

Se necesita una radiación constituida por un grupo limitado estrecho y continuo de longitud de onda, denominado banda. El dispositivo tiene una mayor resolución cuánto más estrecha es la anchura de banda. Existen varios tipos de selectores de longitud de onda:



Los filtros de absorción se utilizan en la región visible y se basan en la absorción selectiva de ciertas longitudes de onda. Consisten en un vidrio coloreado o una suspensión de un colorante en gelatina que se coloca entre dos placas de vidrio.

Los filtros de banda se caracterizan por su anchura de banda (anchura a la mitad de la altura) que puede oscilar entre 30 y 250nm. Los filtros de corte tienen casi un 100% en una zona del espectro visible, pero luego disminuye rápidamente hasta un valor de transmitancia cero.

Los filtros de interferencia consisten en un dieléctrico transparente (fluoruro cálcico o magnésico) recubierto a ambos lados con dos finas capas de plata semirreflectante.

Un monocromador se caracteriza por producir un haz de radiación de gran pureza espectral y permitir variar de forma continua y en un amplio intervalo, la longitud de onda de la radiación. Los componentes básicos son : una rendija de entrada, que selecciona un haz de luz policromática entrante, un elemento dispersante, prisma o red, que dispersa la radiación en sus longitudes de onda individuales, y una rendija de salida, que aísla la banda espectral deseada.

Detectores de radiación.

Convierten la energía radiante en una señal eléctrica. Las características que deben presentar son las siguientes::

- Elevada sensibilidad.
- Alta relación señal/ruido.
- Respuesta constante en un intervalo considerable de longitud de onda.
- Tiempo de respuesta corto.
- Señal de salida igual a 0 en ausencia de iluminación.
- La señal eléctrica producida por el transductor debería ser directamente proporcional a la potencia radiante P, según la expresión $S = K * P$, donde S es la respuesta eléctrica en términos de corriente o tensión, y K es la sensibilidad de calibrado.

Hay dos tipos de detectores de radiación:

1. Respuesta a los fotones: tienen una superficie activa, capaz de absorber la radiación. Son usados para medir las radiaciones ultravioleta, visible e infrarroja cercana. Si se usan para longitud de onda superiores a 3 μm han de enfriarse a la temperatura del hielo seco o nitrógeno líquido para evitar interferencias del ruido térmico de fondo. *Células fotovoltaicas, fototubos, tubos de fotomultiplicadores, detectores de fotoconductividad, fotodiodos de silicio.*
2. Responden a la potencia promedio de la radiación incidente. Usados para la detección de radiación infrarroja. *Termopares, bolómetros, detectores piroeléctricos.*

Procesadores de señal. Dispositivos de lectura.

Un procesador es un dispositivo electrónico que amplifica la señal eléctrica del detector.

Puede cambiar la señal de corriente continua a corriente alterna y viceversa. Además, varía la fase de la señal y la filtra para eliminar los componentes no deseados.

Entre los posibles dispositivos de lectura, están *medidor d'Arsonval, medidor digital, escalas de potenciómetros, registradores, tubos de rayos catódicos.*

Fibras ópticas

Transmiten la radiación y las imágenes de un componente a otro instrumento. Son hebras de vidrio o plástico capaces de transmitir la radiación a distancia de varios centenares de metros o más.

Los sensores de fibra óptica constan de una fase reactiva inmovilizada en el extremo de una fibra óptica. La interacción del analito con el reactivo produce una variación en la absorbancia, reflectancia, fluorescencia luminiscencia, que se transmite al receptor a través de la fibra óptica.

Existen varios tipos de instrumentos ópticos:

1. Espectroscopio: instrumento óptico utilizado para la identificación visual de líneas de emisión atómica.
2. Colorímetro: usado para designar a un instrumento de medidas de absorción, en el que el ojo humano es el detector utilizando uno o más patrones del color.
3. Fotómetro: consta de una fuente, un filtro, un detector fotoeléctrico, un procesador de señales y un sistema de lectura.
4. *Espectrómetro*: proporciona información sobre la intensidad de la radiación en función de la longitud de onda o de la frecuencia.
5. *Espectrofotómetro*: espectrómetro equipado con una o más rendijas de salida y detectores fotoeléctricos que permiten la determinación de la relación entre la potencia de dos haces en función de la longitud de onda como la espectroscopia de absorción.